

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan untuk melakukan reaksi adalah satu set alat refluks, dan untuk keperluan evaporasi digunakan alat destilasi. Sedangkan alat yang digunakan untuk analisa produk reaksi adalah kromatografi gas Hewlett Packard 5890 series II, kolom HPS 30 meter non polar, gas pembawa helium, suhu kolom diprogram dengan suhu awal 80°C, kenaikan 5°C per menit, suhu akhir 180°C, waktu awal 3 menit dan waktu akhir 23 menit. ¹H-NMR JEOL 60 MHz untuk analisis struktur hasil reaksi menggunakan pelarut CDCl₃. Lampu ultraviolet “spectroline” dengan spesifikasi “long wave” (365 nm) dan “short wave” (254 nm) digunakan untuk identifikasi noda pada analisa kromatografi lapis tipis (KLT).

3.1.2 Bahan

N,N-dimetilpiperidinium klorida komersial, tanpa purifikasi. Trifenilfosfin dari Merck, pemurnian dengan menggunakan metode rekristalisasi dalam pelarut etanol. Pelarut yang digunakan untuk reaksi, yaitu asetonitril dan DMF,

sedangkan pelarut untuk eluen dalam KLT adalah metanol. Plat alumina digunakan sebagai fasa diam untuk analisa KLT.

3.2. Metode Kerja

Penelitian yang dilakukan meliputi tahap-tahap sebagai berikut:

1. Reaksi dan identifikasi produk dilakukan di Laboratorium Penelitian Tugas Akhir Kimia Organik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Diponegoro.
2. Analisa struktur senyawa hasil reaksi dilakukan di Laboratorium Instrumen Kimia Organik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada.

3.2.1. Reaksi demetilasi dengan PPh_3 dalam asetonitril

N,N-dimetilpiperidinium klorida dan PPh_3 masing-masing 0,08 mmol dilarutkan dalam 25 mL asetonitril dan direfluks selama 48 jam. Jalannya reaksi dideteksi dengan KLT pada plat alumina dengan eluen metanol. Persen reaksi ditentukan dengan kromatografi gas, menggunakan etanolamin sebagai standar internal.

3.2.2. Reaksi demetilasi dengan PPh_3 dalam DMF

N,N-dimetilpiperidinium klorida dan PPh_3 masing-masing 0,08 mmol dilarutkan dalam 25 mL DMF dan direfluks selama 24 jam. Persen reaksi ditentukan melalui analisis ^1H -NMR setelah penguapan pelarut.

3.2.3. Reaksi demetilasi tanpa PPh_3 (“autodemetilasi”) dalam DMF

N,N-dimetilpiperidinium klorida 0,08 mmol dilarutkan dalam 25 mL DMF dan direfluks selama 6 jam. Setelah larutan dingin, DMF diuapkan dan kristal yang diperoleh ditimbang, yang menunjukkan banyaknya garam piperidinium yang tersisa. Persen reaksi ditentukan secara gravimetri.

